

# 微細結晶粒純アルミニウムの組織制御による 塑性加工性向上へのアプローチ

高松工業高等専門学校 機械工学科

講師 酒井 孝

(平成 16 年度研究開発助成 AF-2004007)

**キーワード：**微細結晶粒材、微視組織、スプリングバック

## 1. 研究の目的と背景

金属材料を合金化せずに強ひずみ加工を施すことで、リサイクル性や強度、耐食性に優れた「スーパー・メタル」が創製される。最近は  $1\text{ }\mu\text{m}$  以下の結晶粒径を持つ高強度スーパー・メタルも開発されており、これを広範な産業分野へ応用することでさらなる軽量化が実現され、燃費向上による省エネルギー化や二酸化炭素放出量の低減に寄与することとなる。

このスーパー・メタルは、純金属の組織を均一に超微細粒に制御することで、微細化を促進する合金元素を大量に添加することなく Hall-Petch 則に従い高強度化が実現できる。これは高強度だけでなく高延性も実現するため、塑性加工における被加工材として大きな可能性を持っていると考えられる。しかしながら、その加工特性については全く不明であり、この材料が市場に流通する以前に十分な特性を把握する必要がある。

金属材料の微視的な特性に着目した場合、SEM-EBSP 結晶方位解析システムの普及により結晶粒に関する情報は安易かつ飛躍的に増量した。しかしながら、金属組織学を専門とする研究者が大量の結晶方位データを保有する一方、これとは独立して塑性加工学の分野ではマクロな変形や加工性について研究しているのが現状である。これは決して連携が取れているとは言えず、金属組織学における材料の微視的な変形特性を積極的に塑性加工の分野にも取り入れるべきと考える。

本研究では先駆的にスーパー・メタルの加工特性を調べるとともに、塑性変形時の各応力状態を十分に考慮し、微視的な結晶構造を制御することで飛躍的に加工性を向上させた金属材料の創製技術確立を最終目的とする。このような全体計画のうち、本申請では特に以下の 2 点について重点的に研究を進める。

スーパー・メタルに代表される強ひずみ加工を施した微細結晶粒材に関しては、今まで市場に流通しているものと材料特性が全く異なるために、塑性加工時における様々な応力状態や変形挙動、ならびに加工限界などが異なる。そこで、これまで国内外で研究対象とされてきた様々なひ

ずみ負荷様式下で強ひずみ加工された微細結晶粒材に対する塑性加工特性について調査する。

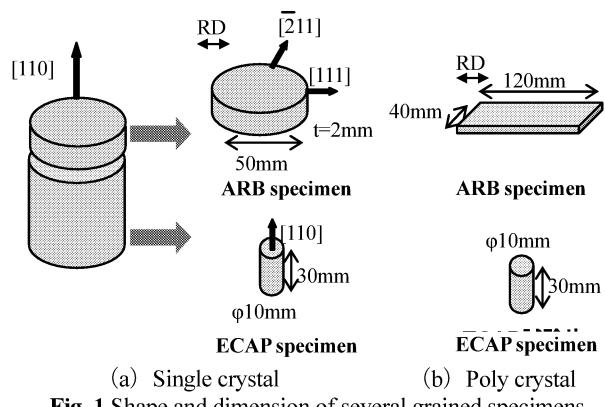
材料の塑性変形性を飛躍的に向上させるためには、材料の微視的挙動を把握した上で、各部位の応力状態を考慮した材料設計が不可欠である。すなわち、「適材適所」なる考え方を当該分野に応用した「適組織適所」を実行する上で、結晶方位に代表される結晶データとそれに対応する機械的性質に関する基礎データを蓄積する。またこれをデータベース化して本研究における様々な箇所に応用する。

このような全体計画において、本研究では、各種冷間強ひずみ加工によって結晶粒微細化された純アルミニウムの単結晶材の曲げ加工にともなう結晶方位の変化を SEM-EBSP 解析から調査し、微細結晶粒材の特異な曲げ加工特性に関して考察を加えた。また、純アルミニウムを中心として広範な材料に対する結果の比較も行った。

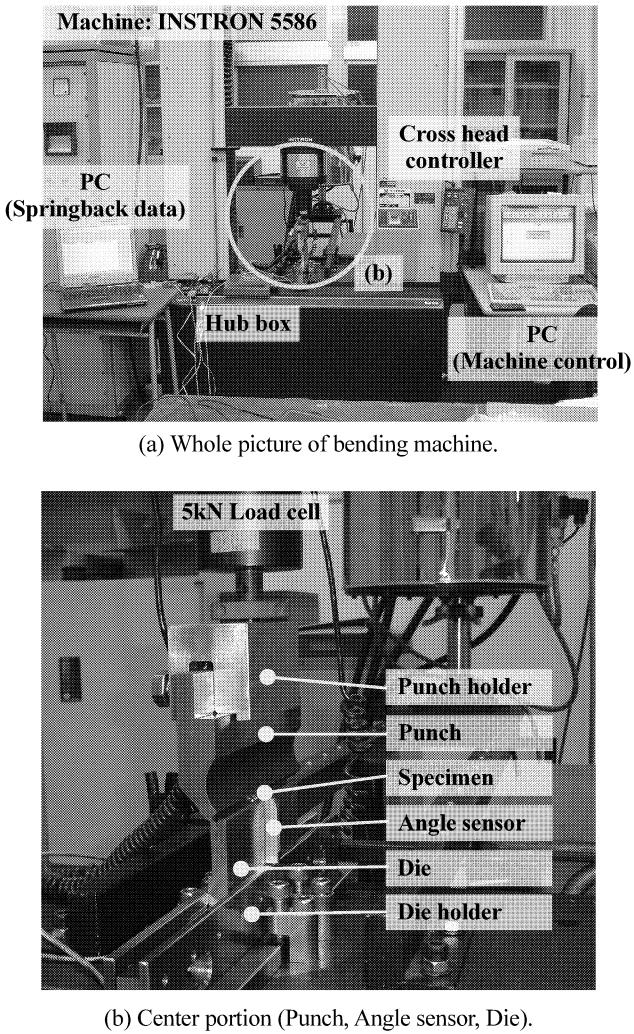
## 2. 実験方法

### 2・1 試料の作製方法

本研究では、ひずみ負荷様式の違いによる微視的組織への影響を調査するために、ARB (Accumulative Roll Bonding) 法と ECAP (Equal-Channel Angular Pressing) 法の 2 種類の結晶粒微細化法によって試料を作製した。また ARB 法では、連続的に所望の圧下率まで圧延を行う方法と、2 枚の板を重ね合わせて接合圧延を行う方法を採用した。連続圧延で



(a) Single crystal (b) Poly crystal  
**Fig. 1 Shape and dimension of several grained specimens.**



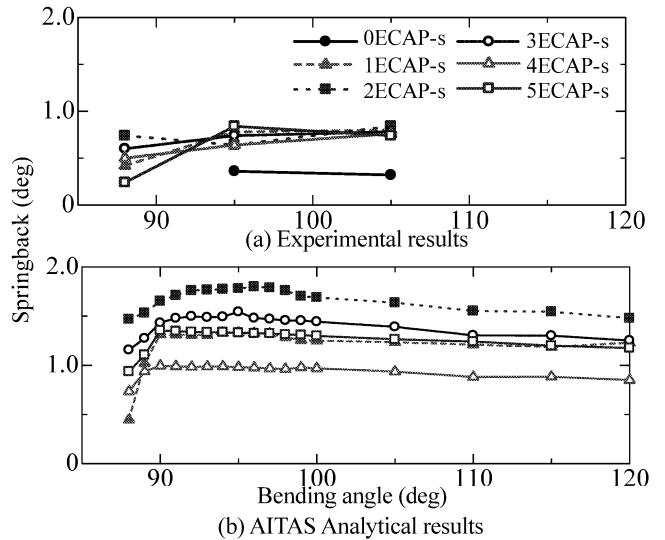
**Fig. 2** Photographs of high resolution bending system.

の ARB 法で与えられる相当ひずみは、50%の圧下率で  $\bar{\varepsilon} = 0.8$ 、95%の圧下率で  $\bar{\varepsilon} = 3.5$  であり、接合圧延での ARB 法および ECAP 法で与えられる相当ひずみは1工程あたりそれぞれ  $\bar{\varepsilon} = 0.8$ 、 $\bar{\varepsilon} = 0.9$  である。ECAP 金型のチャンネル外側角度は  $\Psi = 100^\circ$  とした。

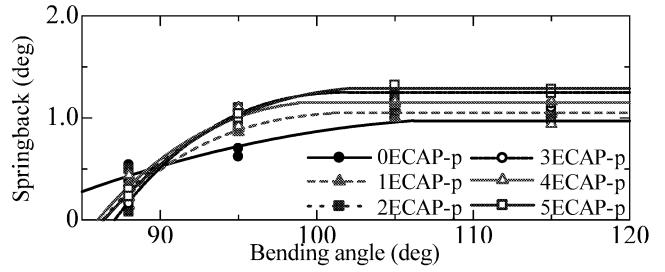
冷間による強ひずみ加工の被加工材として、**Fig. 1** に示す形状および寸法・方位の材料を準備した。単結晶材の比較材として、多結晶材(A1100)も準備した。以後、単結晶材を ECAP-s あるいは ARB-s 材、多結晶材を ECAP-p あるいは ARB-p 材のように定義する。

## 2・2 実験方法

強ひずみを加えた各試料の ND 面について光学顕微鏡観察を行い、ASTM 平均結晶面積法により平均結晶粒径を測定した。力学的特性については引張速度 0.2mm/s の引張試験とマイクロビンカース硬さ試験、クロスヘッド速度 0.5mm/s の曲げ試験から評価した。曲げ試験では**Fig. 2** に概略を示すように、万能試験機に高解像度角度センサを取り付け、スプリングバック量を精密に測定した。また、結



**Fig. 3** Change in the springback with bending angle of ECAP-s specimens.



**Fig. 4** Change of the springback after the bending test in ECAP-s specimens.

晶方位分布を調査するために、ND 面の SEM-EBSP 解析を行った。

## 3. 実験結果および考察

### 3・1 組織観察の結果

広範な金属材料に対する組織観察より、積層欠陥エネルギー (SFE) の小さなオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 などの鉄鋼材料では、交差すべりの起きにくさに起因した局所的な結晶回転とともに、ARB 加工による圧延集合組織が形成されたと考えられる。また、SFE の大きな純アルミニウムでは、比較的小さなひずみで単結晶材に亜結晶粒界の形成が連続的に起こり、次第に方位差の大きな結晶粒組織を形成したと考えられる。当該部分の SEM-EBSP 解析では、大角粒界が形成されていることが確認できた。

### 3・2 ECAP 材の曲げ特性および方位特性

**Fig. 3** は ECAP-s 材を対象にして、縦軸に曲げ試験時の曲げ角度と縦軸にスプリングバック量をとり、(a)に実験値、(b)に有限要素解析ソフト AITAS によるスプリングバック量の解析値を示したものである。同図(a)の実験値から、0ECAP-s 材から 1ECAP-s 材において約 0.5° のスプリングバ

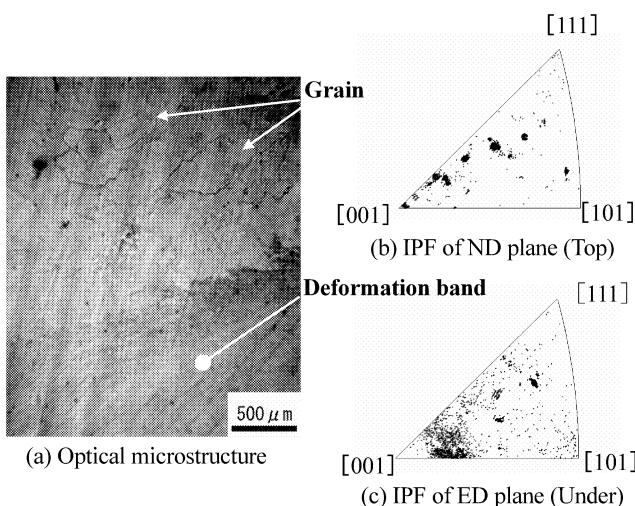


Fig. 5 Optical microstructure and IPF in ED plane of 1ECAP-s specimen.

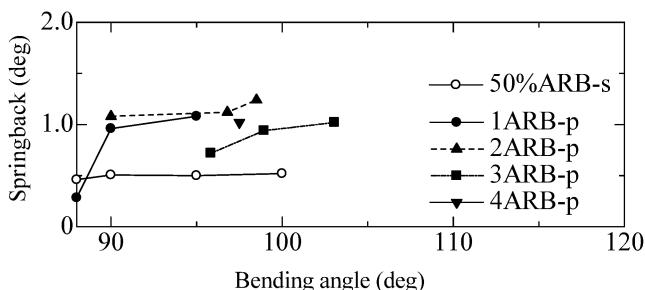


Fig. 6 Change in the springback after the bending test in ARB specimens.

ク量の増加が見られたが、それ以降の ECAP-s 材においては相当ひずみが増加してもスプリングバック量に大きな変化はないことが分かる。一方、図(b)の AITAS による解析値では 2ECAP-s 材で最大、4ECAP-s 材で最小のスプリングバック量を示している。このことは、同単結晶材料の引張試験において、2 回の ECAP 加工 ( $\bar{\varepsilon} = 1.8$ ) で加工硬化指数  $n$  値がおよそ 0.47 となり、ECAP-s 材の中で最大値を示したことに起因している。Fig. 3 と同様に Fig. 4 は ECAP-p 材の曲げ試験時の曲げ角度を横軸に、スプリングバック量を縦軸にとったものである。これより加工サイクルの増加すなわち相当ひずみの増加にともないスプリングバック量が増加することがわかる。

Fig. 5 は 1ECAP-s 材の ED 面の中央部の組織写真および逆極点図を示したものである。チャンネルの内側を通った試料上部で等軸状の結晶粒径 250  $\mu\text{m}$  の再結晶粒が形成され、外側を通った下部で動的な再結晶粒が形成されずに変形帶が発生していることが分かる。この面の方位観察では (b), (c) のように同程度の方位分布を示していることから、試料の上部および下部で同様の結晶回転が起こるもの異なる大きさのせん断応力が負荷されたことが分かる。また、同試料のマイクロビックカース硬さ試験では、ECAP-s 材において再結晶粒が観察できた上部で硬さは 16.9Hv と

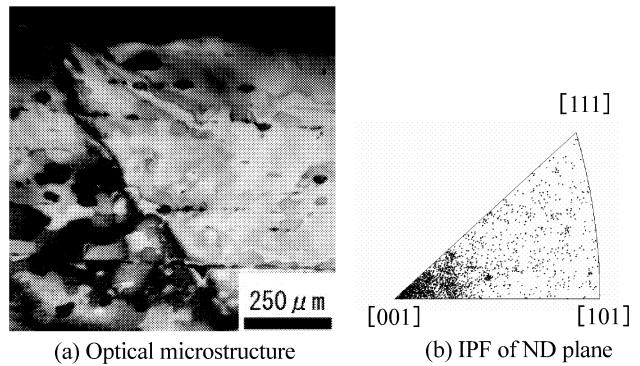
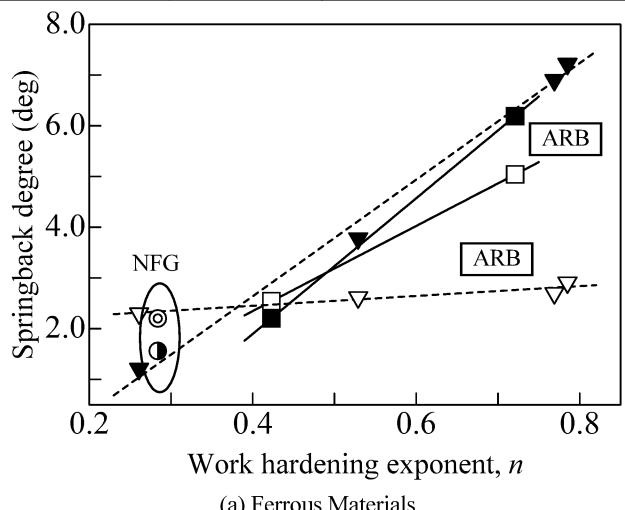
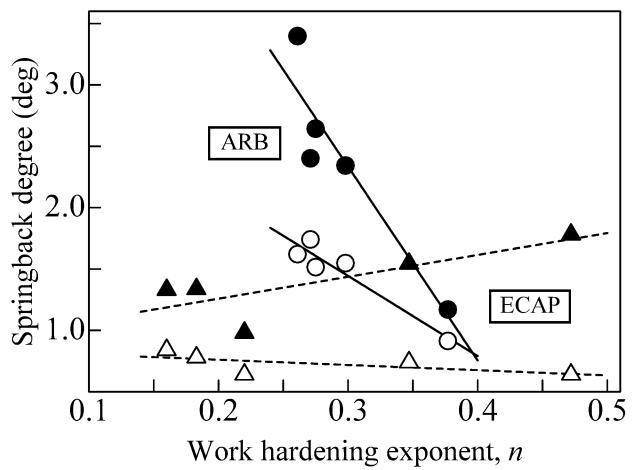


Fig. 7 Optical microstructure and IPF in the ND plane of 5ARB-s specimen.

	Experimental	Numerical (AITAS)
Ferrous, figure (a)	SUS316 SS400	□ ▽
Nonferrous, figure (b)	C1020 Pure Al (single)	○ ● △ ▲



(a) Ferrous Materials



(b) Nonferrous Materials

Fig. 8 Relationships between work hardening exponent  $n$  and springback degree for grained several materials.

最も低く、中央の硬さが 33.9Hv と最も高い値を示した。これは上部で加工によるひずみの蓄積が多く、動的再結晶が起きていると考えられる。また中央部では再結晶するほ

どのひずみが蓄積せず、ひずみ硬化が起きていると考えられる。ECAP-p材では、加工サイクルの増加に伴い比例的に硬さが上昇した。

### 3・3 ARB材の曲げ特性および方位特性

Fig. 6はARB-s材およびARB-p材のスプリングバック量を示したものである。ARB-p材の方がARB-s材よりも大きなスプリングバック量を示している。これは被加工材のn値に依存している。この傾向はECAP加工材のスプリングバック特性と同様である。このように、結晶粒微細化材の曲げ加工によるスプリングバック特性は、いかなるひずみ負荷様式においてもn値に強く依存することがわかった。

Fig. 7は5ARB-s材の光学顕微鏡写真とそのND面の逆極点図を示したものである。5ARB-s材は結晶粒径 $60\mu\text{m}$ の等軸状の結晶粒が得られた。引張強さは0ARB-s材の約2倍の55MPaを示し、伸びは0ARB-s材とほぼ同等の50%を示した。引張試験結果では、ARB-s材のみ伸びが向上したが、この要因は(b)から結晶方位が[001]/NDに集積したことによるものと考えられる。

### 3・4 スプリングバック量に及ぼすn値の影響

Fig. 8は引張試験から得られたn値と曲げ試験結果から求めたスプリングバック量の関係についてまとめたものである。同図には、有限要素解析ソフトAITASによるスプリングバック量の計算結果を黒色のプロットで記した。

一般に、スプリングバックは材料の弾性回復と関連が深く、その量は降伏応力 $\sigma_y$ とn値に比例してヤング率Eに逆比例することが知られている。また、ARBおよびECAPの強ひずみ加工の加工サイクルが増加すると、亜結晶粒界の形成にともなう結晶粒微細化が促進し、Hall-Petch則にしたがい強度や硬さが増加する。すなわち、強ひずみ加工のサイクル数とn値はほぼ比例し、ここでの図の横軸は加工サイクル数や相当ひずみ量と同義となる。

図(a)のSUS316および一般構造用圧延鋼SS400の鉄鋼材料についてまとめたものでは、n値とスプリングバック量に正の相関が見られる。これらn値が高い鉄鋼材料では、スプリングバックにおよぼすn値の影響が顕著である。n値の増大について実験結果とAITASによる解析結果の相違が明確となるが、これは解析条件の摩擦係数 $\mu$ やポアソン比 $v$ 、さらにはランクフォード値 $r$ 値の変化の影響によるものと考えられる。図(b)の純銅C1020では実験値、解析値とともに先述の一般論と逆傾向を示したが、C1020のARB加工では相当ひずみの増加とともにヤング率Eの低減が見られ、この影響によるものと推測できる。n値の小さな純アルミニウムのECAP材の場合、加工硬化によるスプリングバック量の増加はほとんど伺えない。

以上のことから、微細化材のスプリングバック量は従来材料よりも大きなスプリングバック量を示し、これはn値

に顕著に依存することがわかった。また、n値の変化にともなうスプリングバック量の変化の程度は、SFEの大小と逆比例の関係があることが明らかになった。

## 4. 結 言

ARBおよびECAP加工によって微細化した純アルミニウムを対象として、曲げ加工特性とくにスプリングバック特性におよぼす機械的性質や結晶方位の影響について調査した。また、様々なn値を有する鉄鋼材料および非鉄金属と比較して、スプリングバック特性に及ぼす微視組織の影響について調査した。

この結果、微細化材のスプリングバック特性は、従来材料と異なり大きなスプリングバック量を示すとともにSFEと関係があることが明らかになった。

## 謝 辞

本研究は天田金属加工機械技術振興財団の研究開発助成(AF-2004007)により遂行された。ここに記して深甚な謝意を表します。また、研究の遂行にあたり実験・解析で多大な協力を頂いた当時の高松工業高等専門学校専攻科生、高橋亮輔氏、吉田慶介氏に感謝致します。

## 参考文献

- (1) 酒井 孝, 高橋亮輔, 古島 剛, 森本秀夫, 「純アルミニウムを用いた各種ひずみ負荷様式下での微細結晶粒の創製とその挙動評価」, 日本塑性加工学会中国四国支部第5回学生研究発表会講演論文集, pp. 24-25, 香川, (2004年12月).
- (2) 酒井 孝, 高橋良輔, 古島 剛, 森本秀夫, 「微細粒純アルミニウムのスプリングバック特性に対する金属組織学的考察」, 第49回日本学術会議材料研究連合講演会講演論文集, pp. 125-126, 京都, (2005年9月).
- (3) 酒井 孝, 吉田慶介, 丸笛憲志, 吉田憲一, 「f. c. c. 単結晶・多結晶材金属薄板の結晶粒微細化とその微視特性の解明」, 日本材料学会四国支部第7期支部総会・第5回学術講演会講演論文集, pp. 9-10, 愛媛, (2006年4月).
- (4) 酒井 孝, 岡田直人, 吉田慶介, 小山純一, 「次世代環境適合金属材料の曲げ加工特性に関する一考察」, 日本機械学会2006年度年次大会講演論文集, Vol. 1, pp. 445-446, 熊本, (2006年9月).
- (5) 酒井 孝, 吉田慶介, 丸笛憲志, 仲町英治, 「環境適合型f. c. c. 金属薄板の創製とその機械的性質および方位特性の解明」, 日本機械学会2006年度年次大会講演論文集, Vol. 1, pp. 443-444, 熊本, (2006年9月).
- (6) 吉田慶介, 酒井 孝, 小山純一, 仲町英治, 「冷間強ひずみ加工した単結晶アルミニウムのスプリングバックと方位特性の解明」, 軽金属学会第111回秋季大会講演概要, pp. 27-28, 東京, (2006年11月).